

⑩ BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Off nlegung schrift
⑪ DE 3342766 A1

⑲ Aktenzeichen: P 33 42 766.6
⑳ Anmeldetag: 25. 11. 83
㉑ Offenlegungstag: 30. 5. 84

⑤① Int. Cl. 3:
C08 F 8/42
C 08 F 38/04
C 08 F 30/08
C 08 L 15/00
C 09 D 3/82
C 09 D 3/36
C 09 K 3/10
H 01 B 3/30

DE 3342766 A1

③② Unionspriorität: ③② ③③ ③①

25.11.82 FR 8219745

⑦① Anmelder:

Brossas, Jean André, Prof., 67000 Straßburg, FR

⑦④ Vertreter:

Abitz, W., Dipl.-Ing.Dr.-Ing.; Morf, D., Dr.;
Gritschneder, M., Dipl.-Phys.; Frhr. von
Wittgenstein, A., Dipl.-Chem. Dr.phil.nat., Pat.-Anw.,
8000 München

⑦② Erfinder:

Brossas, Jean André, Prof., 67000 Straßburg, FR;
Friedmann, Gilbert, 67200 Straßburg, FR

⑤④ Vernetzbares flüssiges Harz auf Polyolefinbasis, Verfahren zu dessen Herstellung und dessen Verwendung

Beschrieben wird ein vernetzbares flüssiges Harz, das Polydienkationen enthält, die anhängende Doppelbindungen tragen; diese Ketten weisen endständige Silanwasserstoffgruppen auf. Beschrieben wird auch die Herstellung, die darin besteht, einen Halogenalkanwasserstoff vom Typ R_nXSiH_{3-n} , worin R eine Kohlenwasserstoffgruppe ist, n 1 oder 2 ist, und X ein Halogen ist, auf eine Lösung des lebenden Dienpolymeren, das heißt, das noch Alkalimetallatome trägt, die zu seiner Bildung ausgehend von einem konjugierten Dien dienten, einwirken zu lassen. Beschrieben wird auch die Verwendung der Harze, beispielsweise als Klebmittel.

DE 3342766 A1

ORIGINAL INSPECTED

BUNDESDRUCKEREI 04. 84 408 022/583

8/70

25. November 1983

BRO-1

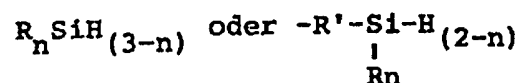
Professor Jean André BROSSAS
21 rue d'Oslo
F-67000 Straßburg, Frankreich

Vernetzbares flüssiges Harz auf Polyolefinbasis, Verfahren
zu dessen Herstellung und dessen Verwendung

Patentansprüche

1. Vernetzbares flüssiges Harz, enthaltend Polydienketten, die anhängende Doppelbindungen bzw. in seitlichen Gruppen enthaltene Doppelbindungen tragen, dadurch gekennzeichnet, daß diese Ketten endständige Silanwasserstoffgruppen aufweisen.

2. Harz nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Silanwasserstoffgruppe vom Typ



BR01

-2-

- 1 ist, worin R ein Alkyl, Cycloalkyl, Alkenyl, Aryl,
Alkylaryl oder Arylalkyl, vorzugsweise ein Alkyl mit
C₁ bis C₆ ist, und R' eine der vorstehenden Gruppen,
die substituiert bzw. zweiwertig ist, bedeutet.
- 5 3. Harz nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet,
daß seine Polydienkette von Butadien, Isopren, 2,3-
Dimethylbutadien, Pentadien-1,3, 2-Methyl-pentadien-
1,3 oder 4-Methylpentadien stammt.
- 10 4. Harz nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekenn-
zeichnet, daß die Polydienkette Gruppen eines anderen
polymerisierbaren Monomeren, insbesondere eines acryl-
ischen, methacrylischen oder auf Styrolbasis aufweist.
- 15 5. Harz nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekenn-
zeichnet, daß es mit einem Polysiloxan-Disilan-Oligo-
meren versetzt ist.
- 20 6. Harz nach einem der Ansprüche 1 bis 5, in gehärteter
Form, durch Vernetzen unter Einwirkung eines Katalysa-
tors oder von Strahlung.
- 25 7. Verfahren zur Herstellung eines Harzes gemäß einem der
Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man einen
Halogensilanwasserstoff vom Typ $R_nXSiH_{(3-n)}$, worin R
eine Kohlenwasserstoffgruppe darstellt, n 1 oder 2 ist,
und X ein Halogen darstellt, auf eine Lösung des "leben-
den" Dienpolymeren, das heißt, das noch Alkalimetall-
30 atome trägt, die zu seiner Bildung ausgehend von einem
konjugierten Dien dienten, einwirken läßt.
- 35 8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß
R ein Alkyl, Cycloalkylalkenyl, Aryl, Arylalkyl, Alkaryl
ist, die Substituenten tragen können, und vorzugsweise
ein Alkyl mit C₁ bis C₆, wobei das Halogen X vorzugs-
weise Chlor darstellt.

-2-

BR01

- 1 9. Verfahren nach Anspruch 7 od r 8, dadurch gekennz ich-
net, daß das vernetzbar flüssige Harz aus seinem Her-
stellungsmedium durch Zusatz eines Nichtlösungsmitt ls,
insbesondere von Methanol, abgetr nnt wird.
- 5 10. Verwendung des Harzes nach einem der Ansprüche 1 bis
5 zum Verleimen, bzw. als Klebemittel, für Abdichtun-
gen bzw. Dichtungsmittel, Auskleidungen oder ähnliche
Anwendungszwecke, durch Einarbeiten eines Katalysators,
insbesondere von Chlorplatinsäure, vor dem Aufbringen,
10 in das Harz und anschließendes Halten bei Umgebungs-
temperatur bis 120 °C während der zur Härtung benötig-
ten Zeit.
- 15 11. Verwendung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet,
daß der Katalysator eine Säure, eine Base, insbesondere
ein Amin oder ein Cu-Aminkomplex, ein Peroxid, eine
Bisazoverbindung ist, oder die Katalyse durch Ultra-
violett- oder gamma-Strahlung bewirkt wird.

20

25

30

35

1 Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein n u s V rfahren zur Herstellung bestimmter flüssiger vernetzbarer Harze, die aus konjugierten Polydienen aufgebaut sind, deren Ketten mit reaktiven Funktionen terminiert sind, die eine Vernetzung des Harzes ermöglichen. Sie betrifft insbesondere flüssige Polymere mit relativ geringem Molekulargewicht, von Diolefinen, die endständige Silangruppen tragen, die durch Vernetzung mittels einer sehr geringen Menge eines Katalysators gehärtet werden können, ohne daß ein Vernetzungsmittel benötigt wird.

Die neuen erfindungsgemäßen Harze sind für verschiedene Anwendungszwecke geeignet, insbesondere als Klebemittel, Bindemittel, Firnis, Lacke, Anstrichmittel, wärmehärtbare Materialien für das Formen bzw. Formpressen, isolierende Auskleidungen, insbesondere für elektrische Vorrichtungen, Verbundmaterialien, hergestellt aus dem Harz und Füllstoffen, wie Glasfasern, Kohlenstofffasern, Borfasern, Metallpulver, Glaskugeln, Flugasche.

Es sind zwar flüssige vernetzbare Harze auf Dienbasis bekannt und sie werden für Verwendungszwecke wie die vorstehend aufgeführten verwendet, jedoch ist ihre Vernetzung zur Erzielung Hochpolymerer eine mehr oder weniger schwere und teure Arbeit. Tatsächlich muß man, um ein derartiges bekanntes Harz zu härten, ein spezielles Vernetzungsmittel anwenden, das mit den endständigen Funktionen des flüssigen Polymeren reagieren kann. Mit anderen Worten muß eine dritte vernetzende Verbindung mit dem flüssigen Harz zu dem Zeitpunkt vermischt werden, zu dem eine Härtung erfolgen soll. In den speziellen Fällen, wo die endständigen Funktionen des flüssigen Polymeren ungesättigte Kohlenstoff-Kohlenstoff-Bindungen aufweisen, erfolgt, wenn das Vernetzungsmittel nicht unerlässlich ist, eine langsame Reaktion und das flüssige Polymere muß über 100 °C

BR01

-5-

1 während einer ausreichend langen Zeit erwärmt werden, wodurch die Verwendung dieser Produkte beschränkt wird.

5 Durch die Erfindung wird eine Verbesserung bereitgestellt, durch die die vorstehend aufgezeigten Schwierigkeiten des Stands der Technik überwunden werden. Sie ermöglicht die Vernetzung eines flüssigen Polymeren ohne Zusatz irgendeines Vernetzungsmittels in Anwesenheit geringer Katalysatoranteile. Dieses Ergebnis wird durch Verwendung von Dienpolymeren erzielt, deren Ketten zwei Arten von entgegengesetzt wirkenden Funktionen aufweisen, die gleichzeitig als Vorläuferpolymeres für das zu bildende makromolekulare Netzwerk und als Vernetzungsmittel dienen.

15 Somit ist das erfindungsgemäße flüssige Harz dadurch gekennzeichnet, daß es aus einer Polydienkette besteht, deren reaktive endständige Funktionen aus Silanwasserstoffgruppen gebildet werden und worin die anhängenden bzw. seitlichen bzw. in Seitengruppen enthaltenen Doppelbindungen längs der

20 Kette verteilt sind.

Die Kombination der Silanwasserstoffgruppen mit diesen Doppelbindungen führt zu der gewünschten Vernetzung nach an sich bekannter Reaktion (J. L. Speier, R. Zimmerman, J. Webster - J. Amer. Chem. Soc. 78, 2278 (1956); J. L. Speier, J.A. Webster, G.H. Barnes - J. Amer. Chem. Soc. 79, 974 (1957))



Da die Synthese flüssiger Polydiene bekannt ist, ist es nicht notwendig, sie hier zu beschreiben, es sei lediglich erwähnt, daß die erfindungsgemäßen Harze auf verschiedenen konjugierten Dienen basieren können, die mindestens eine Vinyl- oder Propenylgruppe tragen; besonders geeignet sind

35 flüssige Polymere von Diolenen wie Butadien, Isopren

BRO1

-6-

- 1 2,3-Dimethylbutadien, P ntadien-1,3, 2-Methylpentadien-1,3,
4-Methylp ntadien-1,3, usw.

Die Erfindung betrifft auch Copolymere derartiger konju-
5 gierter Diene mit anderen Monomeren, insbesondere mit
Alkylacrylaten oder -methacrylaten, Acrylnitril oder Meth-
acrylnitril, Styrol, Methylstyrol usw. Das erfindungsgemäße
flüssige Harz muß reich an anhängenden bzw. seitenständi-
gen Doppelbindungen sein, beispielsweise in 1,2-Bindung
10 im Fall von Butadien oder in 3,4- und 1,2-Bindung im Fall
von Isopren.

Die Erfindung betrifft auch Polykondensate, erhalten durch
Kupplungsreaktion und Sequenzbildung zwischen einem dicarb-
15 anionischen Polydien und Polysiloxanen, Alkylethern,
 α,ω -Dihalogenpolymethylenen oder Dihalogensilanen, Dihalo-
genalkylethern ..., um der Kette später bei der Vernetzung
eine Geschmeidigkeit zu verleihen.

- 20 Die endständigen reaktiven Funktionen bestehen erfindungs-
gemäß aus Silanwasserstoff- bzw. Hydrogensilangruppen,
wie in der vorstehend angegebenen Formel (1) gezeigt.

Die Bindung der Silangruppen an das flüssige Polydien er-
25 folgt durch Einwirken eines Mono- oder Dihalogensilan-
wasserstoffs auf eine Lösung des "lebenden Polymeren",
das heißt, eine Lösung, die von der Herstellung dieses
Polymeren stammt und noch den alkalischen Polymerisations-
initiator enthält.

- 30 Es sei hierzu daran erinnert, daß flüssige Polydiene in
einem Lösungsmittel in Anwesenheit eines Alkali- oder Erd-
alkalimetalls, insbesondere von Lithium oder Natrium, her-
gestellt werden können. Das Lösungsmittel kann beispiels-
35 weise Tetrahydrofuran, Dioxan, ein aliphatischer oder aro-
matischer Ether usw. sein, wobei das Alkalimetall in

BRO1

-7-

- 1 metallisch r Form oder in Form iner organischen Kombina-
tion vorli gt, b ispielsw ise Naphthalinlithium oder
Naphthalinnatrium, Anthracenlithium, T trameres von α -M thyl-
styryllithium, Dim r s von Diphenylethylenlithium.
- 5 Der Zusatz eines Mono- oder Dihalogensilanwasserstoffs
zu der Lösung des lebenden Polydiensführt zu dessen Ent-
aktivierung unter Bindung der Silanwasserstoffgruppe an
die Enden der Kette des Dienoligomeren.
- 10 Vorzugsweise wird der Halogensilanwasserstoff in einem
leichten molaren Überschuß, insbesondere in einem Über-
schuß von etwa 10 bis 20 %, zugesetzt.
- 15 Die Halogensilanwasserstoffe, die zur Durchführung der Er-
findung geeignet sind, können dargestellt werden durch die
Formel
- $$\begin{array}{ccc} & R_n & \\ & | & \\ R_n X-SiH_{(3-n)} & & X-R'-Si-H_{(3-n)} \end{array}$$
- 20 worin R ein Alkyl, Cycloalkyl, Alkenyl, Aryl, Alkylaryl
oder Arylalkyl ist, oder ihre veretherten: alkoxylierten
Derivate, die gegebenenfalls substituiert sind, wobei X
ein Halogen darstellt und n eine ganze Zahl von 1 oder 2
bedeutet und R' ein substituiertes Alkylen, Alkyliden,
25 Cycloalkylen, Cycloalkyliden, Phenyliden, Aryliden, sub-
stituiert oder unsubstituiert, oder eine beliebige Kombi-
nation der vorstehenden Reste ist. Es können sehr unter-
schiedliche Alkyle insbesondere mit C₁ bis C₃₀, die linear
oder verzweigt sind, Teile dieser Verbindung sein; aus-
30 gezeichnete Ergebnisse werden erhalten mit
C₁-C₆-Alkylen, die insbesondere linear sind; diese Alkyle
können Arylsubstituenten tragen; im Falle von R₂ können
die beiden R voneinander verschieden sein. Die Halogene X
können F, Cl, Br oder I und insbesondere Cl oder Br sein.
- 35 Die Silanverbindungen, die gut zur Durchführung der

BRO1

-8-

1 Erfindung sind, sind beispielsweise Dimethylchlorsilan,
Diethylchlorsilan, Methylchlorsilan, Ethylchlorsilan usw.
Da die Bindungsreaktion der Silangruppen an die Enden der
Kette in dem gleichen Lösungsmittel durchgeführt werden
5 kann, das zur Herstellung des Polydiens diente, ist es
nicht notwendig, letzteres vor seiner Reaktion mit dem
Silanreagens zu isolieren. Das vorstehend genannte Lösungs-
mittel Tetrahydrofuran ist bevorzugt, jedoch kann die Reak-
tion auch in anderen Medien durchgeführt werden, beispiels-
10 weise in Diethyl-, Diisopropyl-, Dibutyl-, Diamyl-ethern
oder Diphenylethern; geeignet sind auch Anisol, Dimethyl-
anilin, Diphenylsulfid, aliphatische, naphthenische und
aromatische Kohlenwasserstoffe und ihre Gemische; sie kön-
nen je nach ihrer Verträglichkeit mit der zur Polymerisa-
15 tion des Diens verwendeten Alkalimetallverbindung verwen-
det werden.

Die Herstellung des "lebenden Polymeren" ausgehend von ei-
nem Dien in Anwesenheit eines Alkalimetalls erfolgt bei
20 niedriger Temperatur von -70 bis +20 °C. Die Bindung der
Silangruppen erfolgt bei einer Temperatur unter Null, ins-
besondere bei -70 bis -50 °C. Vorzugsweise wird der Zusatz
des Halogensilanwasserstoffs nach und nach unter Rühren
bewirkt.

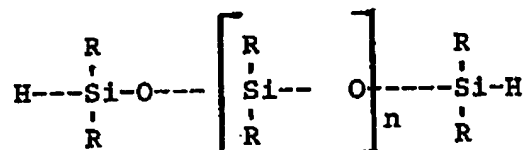
25 Für die Anwendung des so hergestellten flüssigen Polydien-
disilan-harzes ist es bevorzugt, jedoch nicht notwendig,
dieses Harz aus seinem Herstellungsmedium auszufällen,
durch Zusatz eines Nichtlösungsmittels nach dem Konzentrie-
30 ren; dieses kann vorteilhaft Methanol sein. Wenn das Harz
nicht ausgefällt wird, kann das Lösungsmittel verdampft und
das Konzentrat als solches verwendet werden. Zu dem für
eine vorgesehene Verwendung, beispielsweise eine Versiege-
lung, bestimmten Harzanteil fügt man den Vernetzungskataly-
35 sator, insbesondere eine Platinverbindung, oder gegebenen-
falls ein Amin, einen Kupferaminkomplex, ein Peroxid, eine

BR01

-9-

- 1 Bisazoverbindung, eine Säure oder eine Base. Wenn man eine
 Platinverbindung verwendet, wie Hexachlorplatinsäure, so
 muß die Konzentration 10 bis 1000 ppm, bezogen auf das
 Gewicht, vorzugsweise 20 bis 100 ppm, betragen. Die Kata-
 5 lyse kann auch durch Ultraviolett- oder gamma-Strahlung
 erzielt werden. Das mit dem Katalysator versetzte Harz
 kann nach dem Einsatz an seinem Verwendungsort erwärmt wer-
 den, um die Vernetzung zu beschleunigen, beispielsweise
 auf 50 bis 100 °C, jedoch kann der Arbeitsgang auch bei
 10 Umgebungstemperatur durchgeführt werden.

Das erfindungsgemäße vernetzbare Harz ist zur Herstellung
 hochqualitativer Klebemittel geeignet, jedoch ist es auch
 möglich, der Formulierung andere Vernetzmittel zuzu-
 15 setzen, wie disilanierte Polysiloxane vom Typ



20

Die folgenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfin-
 dung, ohne sie zu beschränken.

- 25 Aufgrund ihrer außergewöhnlichen Klebeeigenschaften an
 Glas sind die Harze besonders geeignet zur Anwendung vom
 Kleben von Glas selbst oder zur Herstellung von Verbund-
 materialien, die Füllstoffe enthalten, wie lange oder
 geschnittene Glasfasern, Glaskugeln oder Flugaschen.

30

Die Harze können auch als Bindemittel für pulverförmige
 Materialien, wie Metallpulver (Zn, Fe, Al, Ferrit für die
 Herstellung von Magneten, usw.) dienen.

35

BR01

-10-

1 Beispiel 1

In einen Reaktor, der 300 ml wasserfreies Tetrahydrofuran enthält, fügt man unter einer Atmosphäre von trockenem Argon bei -80 °C 7,6 g (0,05 Mol) Naphthalinlithium und anschließend nach und nach 30 g Butadien durch Kondensieren von gasförmigem Butadien in das gekühlte Reaktionsmedium ein. Nach 3-stündiger Reaktion fügt man zu der so gebildeten Polybutadienyl-di-lithium-lösung eine Lösung von 5,7 g (0,06 Mol) Dimethylchlorsilanwasserstoff

$(\text{CH}_3)_2\text{ClSiH}$

in 200 ml Tetrahydrofuran. Dieses Einführen erfolgt tropfenweise aus einem Tropftrichter, wobei der Inhalt des Reaktors bei -70 bis -50 °C gehalten wird. Der Arbeitsgang dauert 2 Stunden.

Der Hauptteil des Lösungsmittels wird dann verdampft und zu der konzentrierten Lösung fügt man Methanol, wodurch eine Ausfällung einer viskosen Masse von koagulierte Polymerem erzielt wird. Letzteres wird anschließend erneut in Benzol gelöst und wieder mit Methanol ausgefällt.

Die Anwesenheit von endständigen -SiH-Gruppen in dem erhaltenen Harz läßt sich durch Auftreten einer Bande bei 2100 cm^{-1} im Infrarotspektrum dieses Produkts feststellen.

Beispiel 2

Zu 100 g Polybutadien-disilan, hergestellt nach Beispiel 1, fügt man 8,28 mg Hexachlorplatinsäure in Form einer Lösung von 0,02 Mol pro Liter Isopropylalkohol; mit anderen Worten werden 0,8 ml dieser alkoholischen Lösung zu dem Polybutadien-disilan gefügt. Anschließend wird das Harz 30 Minuten auf 80 °C erwärmt. Sein Vernetzungsgrad wird anschließend durch Messung des Volumen-Quellungsgrades in Benzol bewertet, der 6,5 beträgt (was das Volumenverhältnis

BRO1

-11-

- 1 des mit Lösungsmittel gequollenen Polymer n zum Volum n des trockenen Polymeren darstellt), sowie durch den Prozentsatz des mit diesem Lösungsmittel extrahierbaren Polymeren, der als etwa 3,5 % gefunden wird.

5

Beispiel 3

Anwendung des nach Beispiel 1 hergestellten Harzes zum Kleben

10

Man bringt zwischen Glasplatten von 5 cm Länge, 2,5 cm Breite und 0,5 cm Dicke eine winzige Harzschicht ein, die 0,1 mg Hexachlorplatinsäure pro Gramm Harz enthält. Die Probe wird 30 Minuten bei 80 °C gehalten, worauf man sie

15

auf Umgebungstemperatur abkühlen läßt.

Die so gebildete Klebefuge ist perfekt transparent und ihre Scherfestigkeit beträgt 22 kg/cm².

20

Die zwei Platten von 5 x 2,5 cm werden auf eine andere mit einer Bedeckungsoberfläche von 6,25 cm² geklebt. Man wendet einen Druck auf die beiden Außenseite der zwei Platten an und mißt die zur Trennung der beiden Platten notwendige Druckkraft, das heißt, die Bruchbeständigkeitskraft der Scherwirkung.

25

Beispiele 4 bis 10

- Leimungen unterschiedlicher Materialien werden durch Vernetzen eines Harzes bewirkt, das aus einem Gemisch von Polybutadien-disilan-oligomeren gemäß Beispiel 1 besteht, wovon 100 g mit 112,5 g Polysiloxan-disilan-oligomeren vom Typ $\text{H}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2-\text{O}/\text{n}-\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{H}$ mit n über oder gleich 1 vermischt werden. Das Verhältnis C=C/SiH des Gemischs beträgt vorzugsweise 1. Zum Zeitpunkt des Klebens oder einige Zeit vorher bringt man in das Harz 10,5 mg

35

BR01

-12-

- 1 Hexachlorplatinsäure ein. Eine winzig Schicht dieser Zusammensetzung wird zwischen zwei Platten der nachstehend aufgeführten Materialien mit Abmessungen von 5 x 2,5 cm ausgebreitet.

- 5 Nach der Vernetzung während der nachstehend angegebenen Zeit und Temperatur bestimmt man die Scherfestigkeit.

	Beispiel	Temperatur (°C)	Zeit	Scherfestigkeit (kg/cm ²)
10	4 Glas/Al	80	24 h	65
	5 Al/Al	80	24 h	55
	6 Polyvinylchlorid/ Polyvinylchlorid	80	24 h	7
15	7 Glas/Glas	80	24 h	100
	8 Glas/Glas	20	500 h	13,5
	9 Glas/Glas	120	3 h	100
	10 vor dem Kleben	100	2 mn (82
	nach dem Kleben	100	40 mn (
20				

Beispiele 11 bis 15

- 25 Nach der Arbeitsweise von Beispiel 1 stellt man eine Reihe von erfindungsgemäßen Harzen mit anderen Silanen anstelle des Dimethylchlorsilanwasserstoffs her. Die Reaktion dieser Silane mit Butadienyl-Li erfolgt bei -50 °C.

- 30 Die folgende Tabelle zeigt die Zusammensetzungen und die Mengen des in jedem Falle verwendeten Silans entsprechend etwa 0,06 Mol.

35

BR01

-13-

1	Beispiel	Silan	Gramm
	11	$n.(C_3H_7)_2ClSiH$	9
	12	$C_2H_5ClSiH_2$	5,7
	13	$n.C_5H_{11}ClSiH_2$	8,2
5	14	$C_6H_{11}ClSiH_2$ (Cyclohexyl)	9
	15	$C_6H_5ClSiH_2$	8,6

Die Ergebnisse sind ähnlich denen der Beispiele 1 und 2.

10

Beispiel 16

Herstellung eines Verbundmaterials auf der Basis von langen oder kurzen Glasfasern

15

Man vermischt 11,2 g Harz mit 12,6 g Tetramethyldihydrogenodisiloxan. Man fügt dann 3,65 g Glasfasern zu, bereitet ein homogenes Gemisch und fügt dann 100 µl Hexachlorplatin-säure als Lösung in Isopropanol, die $2,07 \cdot 10^{-2} \text{ Mol} \cdot \text{l}^{-1}$ Säure enthält, zu. Das Ganze wird 24 Stunden auf 80 °C erwärmt.

20

Man erhält ein Verbundmaterial, das mit 14 % Glasfasern gefüllt ist, und industriell verarbeitet werden kann. Es kann als Verbindungs- bzw. Dichtungsmaterial zwischen verschiedenen Oberflächen Verwendung finden.

25

Beispiel 17

Herstellung eines Verbundmaterials auf der Basis von Metallpulvern ("flüssige Metalle")

30

In ein Gemisch von 6,38 g Harz und 7,18 g Tetramethyldihydrogenodisiloxan fügt man 45 µl der im Beispiel 16 verwendeten Katalysatorlösung. Nach dem Homogenisieren fügt man 72,5 g Zinkpulver zu: Man erhält eine Paste, die man

35

BROg

-14-

- 1 1 Stunde oder länger bei 80 °C hält. Das erhaltene Material enthält 84,25 % Metall (man kann das Zink durch Fe oder Al ersetzen). Die B-Härte des Materials wird nach der Norm DIN 53 456 bestimmt:
- 5 H = 5 kg/mm² nach 10 Sekunden
H = 4 kg/mm² nach 60 Sekunden.

Beispiel 18

- 10 Herstellung eines syntaktischen Schaums auf der Basis von Glasmikrobällen

In 19 g Harz fügt man 21,3 g Tetramethyldihydrogeno-disiloxan. Man bereitet daraus ein homogenes Gemisch, in das man
15 160 µl der Katalysatorlösung von Beispiel 16 einbringt. Zu dieser Zusammensetzung fügt man 13 g Glasmikrobällchen bzw. Mikrobällchen. Man hält das Ganze 72 Stunden bei 20 °C und beendet die Reaktion durch 3-stündiges Erwärmen bei 80 °C.

- 20 Man erhält ein weißes Verbundmaterial "Harz/Glashohlkugeln", das mit 24 % Mikrobällchen gefüllt ist, mit einer Dichte von 0,449. Dieses Produkt kann als Verbindungs- bzw. Dichtungsmaterial zwischen verschiedenen Materialien dienen.

25 Beispiel 19

Man wiederholt das Beispiel 18, jedoch unter Ersatz der Mikrobällchen durch 29,8 g Flugasche.

- 30 Man erhält ein graues Verbundmaterial, das mit 42,5 % Asche gefüllt ist, dessen Dichte 0,616 beträgt. Dieses Produkt ist als Verbindungs- bzw. Dichtungsmaterial zwischen verschiedenen Materialien geeignet.

35